



2878

PATENT

#3

Priority  
Paper  
S-6-02  
Rtd

Applicant: Yuichi NAITOU et al.

Appl. No.: 09/981,390

Group: 2878

Filed: October 18, 2001

Examiner: UNASSIGNED

For: SCANNING PROBE MICROSCOPE WITH PROBE  
FORMED BY SINGLE CONDUCTIVE MATERIAL

LETTER

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, DC 20231

Date: January 17, 2002

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2000-317368	October 18, 2000

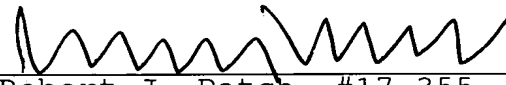
A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 25-0120 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

By

  
Robert J. Patch, #17,355

Ref. NEC-472-US

745 South 23<sup>rd</sup> Street, Suite 200  
Arlington, Virginia 22202  
(703) 521-2297

Attachment



日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

RECEIVED  
JAN 22 2002  
TC 2800 MAIL ROOM

US

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年10月18日

出願番号

Application Number:

特願2000-317368

出願人

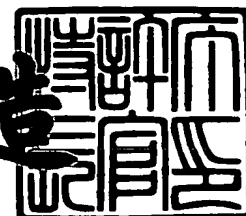
Applicant(s):

日本電気株式会社

2001年 7月27日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3066479

【書類名】 特許願

【整理番号】 34601593

【提出日】 平成12年10月18日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 37/00  
G01B 7/34  
G01B 21/30

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

【氏名】 内藤 裕一

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

【氏名】 大久保 紀雄

【特許出願人】

【識別番号】 000004237

【氏名又は名称】 日本電気株式会社

【代理人】

【識別番号】 100114672

【弁理士】

【氏名又は名称】 宮本 恵司

【電話番号】 042-730-6520

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 093404

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0004232

特 2 0 0 0 - 3 1 7 3 6 8

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 走査型プローブ顕微鏡、走査用プローブ及び走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

走査型プローブ顕微鏡におけるプローブであって、

少なくとも前記プローブの先端部が高導電性部材により形成され、前記プローブ基部に、前記プローブ先端部を前記試料表面と略平行な方向に振動させる手段を備えたことを特徴とするプローブ。

【請求項 2】

前記高導電性部材が、W、Pt/Ir、又は、Niのいずれかを含み、前記プローブの先端部が電解研磨法、又は、放電加工法により先鋭化されていることを特徴とする請求項 1 記載のプローブ。

【請求項 3】

前記振動手段に小型圧電素子を備えたことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のプローブ。

【請求項 4】

前記プローブと前記小型圧電素子とが電氣的に絶縁されていることを特徴とする請求項 3 記載のプローブ。

【請求項 5】

前記プローブが、前記プローブ固有の力学的共振周波数、又は、前記小型圧電素子固有の共振周波数において励振されることを特徴とする請求項 3 又は 4 に記載のプローブ。

【請求項 6】

前記小型圧電素子の一部に、前記プローブの振動状態を検出する手段を備えたことを特徴とする請求項 3 乃至 5 のいずれか一に記載のプローブ。

【請求項 7】

少なくともその先端部が高導電性部材により形成されたプローブと、試料を保持する手段と、前記試料をXY方向に走査すると共にZ方向に移動する手段と、

前記プローブの先端を前記試料面と略平行な方向に振動させる手段と、前記プローブの振動状態を検出する振動状態検出手段と、前記プローブと前記試料との間の電気的情報を検出する電気的情報検出手段と、前記プローブと前記試料との相互作用を一定に保持するように制御する制御手段と、前記プローブと前記試料との間に交流及び直流電界を印加する手段と、を少なくとも有することを特徴とする走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 8】

前記制御手段に、前記振動状態検出手段によって得られる信号を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を増減する第 1 の帰還制御手段を有することを特徴とする請求項 7 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 9】

前記振動状態検出手段によって得られる信号が、前記プローブと前記試料との間の力学的相互作用に基づき変化する、前記プローブ又は前記振動手段の共振振動の振幅、共振周波数、又は、共振の Q 値に関連する信号であることを特徴とする請求項 8 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 10】

前記制御手段に、前記プローブと前記試料との間の電気的情報を検出する前記電気的情報検出手段によって得られる信号を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を増減する第 2 の帰還制御手段を有することを特徴とする請求項 7 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 11】

前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイオード検波手段により検波された信号を前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波する振動周波数検波手段とを含むことを特徴とする請求項 10 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 12】

前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイ

オード検波手段により検波された信号を前記プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波する交流電圧周波数検波手段とを含むことを特徴とする請求項 1 0 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 3】

前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイオード検波手段により検波された信号を前記導電性プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波する交流電圧周波数検波手段と、前記交流電圧周波数検波手段により検波された信号を前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波する振動周波数検波手段とを含むことを特徴とする請求項 1 0 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 4】

前記電気的情報検出手段によって得られる電気的情報が、(a) 前記プローブと前記試料との間の静電容量、(b) 前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧下で得られる静電容量の電圧微分信号 ( $dC/dV$ )、(c) 前記プローブと前記試料との間に印加された直流あるいは交流電圧により流れる電流、(d) 前記プローブと前記試料との間の静電容量の、前記プローブの振動方向に対する空間微分信号 ( $dC/dX$ )、(e) 前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧下で得られる静電容量の電圧微分信号を、前記プローブの振動方向に対して空間微分した信号 ( $d^2C/dVdX$ )、(f) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧に対する電圧微分信号 ( $dI/dV$ )、(g) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブの振動方向に対する空間微分信号 ( $dI/dX$ )、(h) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧に対する電圧微分信号を、前記プローブの振動方向に対して空間微分した信号 ( $d^2I/dVdX$ )、のいずれかを含むことを特徴とする請求項 1 1 乃至 1 3 のいずれかーに記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 5】

前記電気的情報が、前記試料及び前記プローブを真空中に保持した状態で検出

された情報であることを特徴とする請求項 1 4 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 6】

前記電気的情報が、前記試料及び前記プローブの温度を可変した状態で取得された情報であることを特徴とする請求項 1 4 又は 1 5 に記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 7】

前記第 1 の帰還制御手段によって得られる試料の表面形状に関わる情報と、前記第 2 の帰還制御手段によって得られる前記プローブと前記試料との間の電気的情報と、の各々を画像処理する手段を備えたことを特徴とする請求項 8 乃至 1 6 のいずれかに記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 8】

前記試料に印加する交流電圧の周波数が、前記プローブを振動させる振動周波数よりも高く設定されていることを特徴とする請求項 7 乃至 1 7 のいずれかに記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 1 9】

少なくともその先端部が高導電性部材により形成されたプローブと、試料を保持する手段と、前記試料を X Y 方向に走査すると共に Z 方向に移動する手段と、前記プローブの先端を前記試料面と略平行な方向に振動させる手段と、前記プローブの振動状態を検出する振動状態検出手段と、前記プローブと前記試料との間に生じる電気的情報を検出する電気的情報検出手段と、前記プローブと前記試料との相互作用を一定に保持するように制御する制御手段と、前記プローブと前記試料との間に交流及び直流電界を印加する手段と、を少なくとも有する走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法であって、

前記制御手段において、前記振動状態検出手段によって得られる信号、又は、前記電気的情報検出手段によって得られる信号の少なくとも一方を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を制御することを特徴とする走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 0】

前記電気的情報検出手段において、前記プローブから伝達される信号を検出し



てダイオードにより検波した後、前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波することを特徴とする請求項 1 9 記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 1】

前記電気的情報検出手段において、前記プローブから伝達される信号を検出してダイオードにより検波した後、前記プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波することを特徴とする請求項 1 9 記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 2】

前記電気的情報検出手段において、前記プローブから伝達される信号を検出してダイオードにより検波した後、前記導電性プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波し、更に、前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波することを特徴とする請求項 1 9 記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 3】

前記電気的情報を、前記試料及び前記プローブを真空中に保持した状態で検出することを特徴とする請求項 1 9 乃至 2 2 のいずれかに記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 4】

前記電気的情報を、前記試料及び前記プローブの温度を可変した状態で取得することを特徴とする請求項 1 9 乃至 2 3 のいずれかに記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【請求項 2 5】

前記試料に印加する交流電圧の周波数よりもよりも低い周波数で、前記プローブを振動させることを特徴とする請求項 1 9 乃至 2 4 のいずれかに記載の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、走査型プローブ顕微鏡、走査用プローブ及び走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法に関し、特に、走査型プローブ顕微鏡の一種である走査型容量顕微鏡（SCaM）、走査用プローブ及び走査型容量顕微鏡を用いた測定方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

先端の鋭いプローブを用いて試料表面を走査することにより、試料表面の情報をナノメートルオーダーの空間分解能で観察する手段である走査型プローブ顕微鏡（以下、SPMという）には、様々な種類がある。その一種であるSCaMは、プローブと試料との間の静電容量に關与する量を測定して画像化する装置であり、例えば、半導体試料に交流電圧を印加し、空乏層の静電容量の変動を検出することにより、半導体試料中の2次元のキャリアプロファイルを取得している。

## 【0003】

このような従来のSCaMの構成について、図6を参照して説明すると、試料1に導電性のプローブ2を接近させ、試料1と導電性プローブ2との間に電圧変調回路3によって交流または直流電圧を印加する。導電性プローブ2としては、多くの場合、その一端に探針8を有するカンチレバー、すなわち原子間力顕微鏡（AFM）用のプローブに金属コートをしたものが使用されている。探針8の先端は試料1に接触しており、導電性プローブ2のカンチレバーの背面にレーザーダイオード5よりレーザー光を当て、その反射光を検出器6によって検出し、カンチレバーの曲げ変位、すなわち探針8から試料1への接触圧の検出を行っている。

## 【0004】

この接触圧は、あらかじめ設定されたある一定値になるように、導電性プローブ2と試料1との相対的な距離を制御する負帰還系によって制御される。また、試料1と導電性プローブ2との間の静電容量に関わる情報がマイクロストリップラインによる電氣的な共振系で構成される容量センサー4を用いて検出され、圧電素子7により試料1表面のXY方向を走査するとともに、試料1表面の静電容量情報の画像化を行っている。

## 【0005】

## 【発明が解決しようとする課題】

上述したような従来のSCaMでは、導電性のプローブ2として結晶SiやSiO<sub>2</sub>、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>からなるカンチレバーとその一端に先鋭な探針8をもつような構造、すなわちAFM用のプローブを作り、その構造体表面にAu、Pt/Ir、Co/Crなどの金属をコートしたものが使用されている。このような金属コートが施されたAFM用プローブの例を図7に示す。プローブはバネ部9であるカンチレバーと、プローブ全体を固定するための支持部10と、カンチレバーの自由端側に鋭利な先端を持つ探針8とを有する。

## 【0006】

しかしながら、このような金属コートがなされたAFM用プローブには、(1)高インピーダンス、(2)浮遊容量が大きい、(3)金属コート層があるためにプローブ先端の曲率半径が大きい、(4)試料表面との接触により金属コート層が擦過して剥がれる、(5)直流的な電圧あるいは電流に対して耐性が乏しいなどの問題がある。

## 【0007】

各々の問題について詳述すると、(1)の問題は、通常、コートされる金属コート層の厚みは10～100nm程度であり、それゆえ金属コートされたAFM用プローブの導電性はバルク金属に比べて低くなってしまう。そのため、試料1の静電容量情報を検出する感度が低くなってしまうということである。

## 【0008】

また、(2)の問題は、図7に示したように、金属コートされたAFM用プローブにはバネ部9が有り、このバネ部9は探針8に比べてはるかに広い表面積を持つため、試料1と探針8との間のわずかな静電容量を測定する際に大きな浮遊容量の原因となり、試料1に印加した交流電圧がこの浮遊容量を介して容量センサー4に流れ込むために、静電容量信号のS/N比が悪くなってしまうということである。

## 【0009】

また、(3)の問題は、図7で示した探針8の先端部分の曲率半径は、金属コ

ート層の厚みがあるために100nm程度であるが、空間分解能の向上を図るためには、探針8先端の曲率半径はなるべく小さいことが望ましい。しかしながら、曲率半径を小さくするためには金属コート層を薄くする必要があるが、薄くするとプローブがさらに高インピーダンスになってしまうということである。

【0010】

また、(4)の問題は、金属コートされたAFM用プローブが試料1表面に接触しつつ走査を行う場合、金属コート層が摩擦によって剥がれ、導電性が低下してしまう恐れがあるということである。

【0011】

また、(5)の問題は、直流電圧を印加した状態で金属コートされたAFM用プローブが導電性の高い試料1に接触すると、直流電流が試料1と探針8との間に流れ、その際、ジュール熱によって探針8先端の金属コート層が融解し、導電性が失われてしまうということである。

【0012】

本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであって、その主たる目的は、試料表面の静電容量分布を高い精度で、かつ、試料の表面形状と同時に検出することができる走査型プローブ顕微鏡、走査用プローブ及び走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明のプローブは、走査型プローブ顕微鏡におけるプローブであって、少なくとも前記プローブの先端部が高導電性部材により形成され、前記プローブ基部に、前記プローブ先端部を前記試料表面と略平行な方向に振動させる手段を備えたものである。

【0014】

本発明においては、前記振動手段に小型圧電素子を備え、前記プローブと前記小型圧電素子とが電氣的に絶縁されていることが好ましい。

【0015】

また、本発明においては、前記プローブが、前記プローブ固有の力学的共振周

波数、又は、前記小型圧電素子固有の共振周波数において励振される構成とすることができる。

## 【 0 0 1 6 】

本発明の走査型プローブ顕微鏡は、少なくともその先端部が高導電性部材により形成されたプローブと、試料を保持する手段と、前記試料を X Y 方向に走査すると共に Z 方向に移動する手段と、前記プローブの先端を前記試料面と略平行な方向に振動させる手段と、前記プローブの振動状態を検出する振動状態検出手段と、前記プローブと前記試料との間の電気的情報を検出する電気的情報検出手段と、前記プローブと前記試料との相互作用を一定に保持するように制御する制御手段と、前記プローブと前記試料との間に交流及び直流電界を印加する手段と、を少なくとも有するものである。

## 【 0 0 1 7 】

本発明においては、前記制御手段に、前記振動状態検出手段によって得られる信号を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を増減する第 1 の帰還制御手段、または、前記プローブと前記試料との間の電気的情報を検出する前記電気的情報検出手段によって得られる信号を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を増減する第 2 の帰還制御手段を有することが好ましい。

## 【 0 0 1 8 】

また、本発明においては、前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイオード検波手段により検波された信号を前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波する振動周波数検波手段とを含む構成とすることができる。

## 【 0 0 1 9 】

また、本発明においては、前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイオード検波手段により検波された信号を前記プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波する交流電圧

周波数検波手段とを含む構成とすることもできる。

【0020】

また、本発明においては、前記電気的情報検出手段に、前記プローブから伝達される信号を検出する手段と、前記出力信号をダイオードにより検波するダイオード検波手段と、前記ダイオード検波手段により検波された信号を前記導電性プローブと前記試料との間に印加する交流電圧と略等しい周波数により検波する交流電圧周波数検波手段と、前記交流電圧周波数検波手段により検波された信号を前記プローブの振動周波数と略等しい周波数により検波する振動周波数検波手段とを含む構成とすることもできる。

【0021】

また、本発明においては、前記電気的情報検出手段によって得られる電気的情報が、(a) 前記プローブと前記試料との間の静電容量、(b) 前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧下で得られる静電容量の電圧微分信号 ( $dC/dV$ )、(c) 前記プローブと前記試料との間に印加された直流あるいは交流電圧により流れる電流、(d) 前記プローブと前記試料との間の静電容量の、前記プローブの振動方向に対する空間微分信号 ( $dC/dX$ )、(e) 前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧下で得られる静電容量の電圧微分信号を、前記プローブの振動方向に対して空間微分した信号 ( $d^2C/dVdX$ )、(f) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧に対する電圧微分信号 ( $dI/dV$ )、(g) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブの振動方向に対する空間微分信号 ( $dI/dX$ )、(h) 前記プローブと前記試料との間に流れる電流の、前記プローブと前記試料との間に印加された交流電圧に対する電圧微分信号を、前記プローブの振動方向に対して空間微分した信号 ( $d^2I/dVdX$ )、のいずれかを含むことが好ましい。

【0022】

また、本発明においては、前記第1の帰還制御手段によって得られる試料の表面形状に関わる情報と、前記第2の帰還制御手段によって得られる前記プローブと前記試料との間の電気的情報と、の各々を画像処理する手段を備えることが好

ましい。

【 0 0 2 3 】

本発明の走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法は、少なくともその先端部が高導電性部材により形成されたプローブと、試料を保持する手段と、前記試料を X Y 方向に走査すると共に Z 方向に移動する手段と、前記プローブの先端を前記試料面と略平行な方向に振動させる手段と、前記プローブの振動状態を検出する振動状態検出手段と、前記プローブと前記試料との間に生じる電気的情報を検出する電気的情報検出手段と、前記プローブと前記試料との相互作用を一定に保持するように制御する制御手段と、前記プローブと前記試料との間に交流及び直流電界を印加する手段と、を少なくとも有する走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法であって、前記制御手段により、前記振動状態検出手段によって得られる信号、又は、前記電気的情報検出手段によって得られる信号の少なくとも一方を一定に保つように、前記プローブの先端と前記試料との間の距離を制御するものである。

【 0 0 2 4 】

このように、本発明は、プローブの先端部を導電性の高い部材で構成することにより、(1) 低インピーダンス、(2) 浮遊容量を小さくすることが出来る、(3) 金属コート層が無いために、探針先端の曲率半径を小さくすることが出来る、(4) 金属コート層が擦過して剥がれるという恐れが無い、(5) 直流的な電圧あるいは電流に対しての耐性を持たせる、などの効果を奏することができ、また、プローブに設けた小型圧電素子によりプローブを試料面に略平行な面内で振動させることにより、試料表面の静電容量分布、電流分布を高い精度で、かつ表面形状と同時に測定することができる。

【 0 0 2 5 】

【発明の実施の形態】

本発明に係る走査型プローブ顕微鏡は、その好ましい一実施の形態において、金属材料によりなる導電性プローブ 1 と、試料を保持するステージと、試料を X Y 方向に走査すると共に Z 方向に移動する走査用圧電素子 7 と、導電性プローブ 1 の先端を試料面と略平行な方向に振動させる励起用圧電素子 11 及び発振器 1

2と、プローブの振動状態を検出する振動検出系13及び振動状態検出回路14と、プローブと試料との間に生じる電気的情報を検出する容量センサー4及びロックインアンプ16a、16bと、プローブと試料との相互作用を一定に保持するように帰還制御するサーボ回路15及び制御回路19と、プローブと試料との間に交流及び直流電界を印加する電圧変調回路3と、試料の表面形状及び静電容量分布を表示する第1及び第2の表示装置20、21とを有する。

【0026】

【実施例】

上記した本発明の実施の形態についてさらに詳細に説明すべく、本発明の実施例について図面を参照して説明する。

【0027】

【実施例1】

まず、本発明の第1の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡について、図1乃至図4を参照して説明する。図1は、第1の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の構成を模式的に示す図であり、図2はブロック図である。また、図3は、本実施例の走査型プローブ顕微鏡を構成する容量センサーの出力信号を示す図である。また、図4は、本実施例の走査型プローブ顕微鏡を用いて取得した画像の一例であり、(a)は表面形状画像、(b)は $dC/dV$ 信号の分布画像である。

【0028】

図1及び図2に示すように、本実施例の走査型プローブ顕微鏡は、試料1に対して垂直な向きに導電性プローブ2が保持されている。この導電性プローブ2は、典型的には直径が $20 \sim 100 \mu m$ 程度の曲がりの無い直線状の金属ワイヤーの一端を先鋭化して形成されている。導電性プローブ2の材料としては、W、Pt/Ir、Niなどの金属を用いることができ、先端の先鋭化は電解研磨法等により行う。

【0029】

この導電性プローブ2先端の曲率半径は、電解研磨法等における電解液の濃度、印加電圧、研磨時間、また、液面に金属ワイヤーが浸っている長さ等により調節することができ、又、金属ワイヤーの加工は先鋭化のみであるため、再現性良



く、同一の特性を持つ金属ワイヤーを作ることができる。なお、本発明において、金属ワイヤーの先鋭化は電解研磨法に限定されるものではなく、放電加工など他の手段によるものであっても良い。

## 【 0 0 3 0 】

また、この導電性プローブ 2 には、励振用の小型圧電素子 1 1 が取り付けられており、励振用小型圧電素子 1 1 には、駆動電圧を供給する発振器 1 2 が接続されている。なお、導電性プローブ 2 と小型圧電素子 1 1 とは電氣的に絶縁されており、かつ、導電性プローブ 2 は小型圧電素子 1 1 によって、発振器 1 2 からの励振信号により共振状態近傍で励振される。この励振周波数を  $f_0$  とする。また、導電性プローブ 2 には、振動検出系 1 3 が取り付けられおり、振動検出系 1 3 の出力信号は振動状態検出回路 1 4 に入力され、周波数  $f_0$  を参照信号として、導電性プローブ 2 の振動の振幅、あるいは導電性プローブ 2 の振動周波数の変化に比例する出力を得る。

## 【 0 0 3 1 】

なお、振動検出系 1 3 による導電性プローブ 2 の振動検出は、電氣的に行うことが望ましく、かつ、振動検出系 1 3 は励振用小型圧電素子 1 1 の一部に設けられていることが望ましい。また、導電性プローブ 2 の共振を効率良く誘起するために、導電性プローブ 2 と励振用小型圧電素子 1 1 の質量は同程度であることが望ましい。また、励振用小型圧電素子 1 1 が、水晶振動子のようにある固有の共振周波数を持つ場合には、導電性プローブ 2 は励振用小型圧電素子 1 1 の共振周波数で励振される。この場合には、励振用小型圧電素子 1 1 の共振に影響を与えないよう、導電性プローブ 2 の質量は出来る限り小さいことが望ましい。

## 【 0 0 3 2 】

そして、導電性プローブ 2 に対向する位置には試料 1 が置かれ、試料 1 にはこれを X Y Z 方向に移動させるための圧電素子 7 が配置されている。圧電素子 7 には、Z 方向の移動制御用のサーボ回路 1 5 および X Y 方向の走査を制御する走査回路 1 8 が接続されている。振動状態検出回路 1 4 からの導電性プローブ 2 の振幅あるいは振動周波数の変化に比例する信号は、サーボ回路 1 5 に入力され、サーボ回路 1 5 の出力は圧電素子 7 に印加されて試料 1 を Z 方向に上下動させ、前

記振幅あるいは振動周波数があらかじめ設定したある一定値になるように試料 1 とプローブ 2 との相対的な距離に帰還される。

### 【0033】

同時に、制御装置 19 は、試料 1 のあらかじめ定めた領域を導電性プローブ 2 が走査するように、走査回路 18 に走査用圧電素子 7 への電圧印加を指示する。これにより、導電性プローブ 2 は、試料 1 の表面の凹凸に沿って、試料 1 との間に働く相互作用を一定に保ちながら、試料 1 の表面を走査する。

### 【0034】

また、試料 1 には試料用電圧変調回路 3 により、交流および直流電圧が印加できるようにしており、導電性プローブ 2 と試料 1 との間の静電容量は、容量センサー 4 によって検出される。ここで、試料 1 は通常、半導体試料であり、この場合、交流および直流電圧の印加によって導電性プローブ 2 の直下に空乏層が生ずるが、容量センサー 4 によって検出する静電容量は、この空乏層に由来するものである。また、この空乏層の厚みは、試料 1 に印加した交流電圧に応じて増減するため、容量センサー 4 からの出力信号は、交流電圧の周波数  $f_1$  によって変調された静電容量に比例する信号となる。

### 【0035】

そして、第 1 のロックインアンプ 16 a は、周波数  $f_1$  を参照信号として、容量センサー 4 からの出力信号を検波し、静電容量の変調の大きさをあらわす  $dC/dV$  信号を出力する。この時、 $dC/dV$  信号の符号から、空乏層内部に存在するイオン化したドーパントの極性が判別できる。また、 $dC/dV$  信号の大きさから、空乏層内部に含まれる固定電荷密度に関する情報が得られる。

### 【0036】

なお、図 3 に示したように、容量センサー 4 からの出力は、試料 1 に印加した交流電圧の周波数  $f_1$  と導電性プローブ 2 の励振周波数  $f_0$  で 2 重に変調されているが、導電性プローブ 2 の振動振幅は十分小さく、励振周波数  $f_0$  での変調は試料 1 に印加した交流電圧の周波数  $f_1$  での変調に比べて無視できるため、図 2 に示すように、容量センサー 4 からの出力信号の検波は周波数  $f_1$  成分のみで良い。また、本実施例の走査型プローブ顕微鏡では、導電性プローブ 2 の力学的な励

振周波数  $f_0$  は 3 0 ~ 6 0 k H z、試料 1 に印加する交流電圧の周波数  $f_1$  は 2 0 0 k H z ~ 1 0 M H z としているが、周波数としては、 $f_1$  が  $f_0$  よりも高ければ良い。

## 【 0 0 3 7 】

そして、制御装置 1 9 は、内蔵する記憶手段にサーボ回路 1 5 から受け取った走査用圧電素子 7 の Z 方向の移動量を導電性プローブ 2 の X Y 方向の位置と対応させて格納することにより、試料 1 上の各点における表面形状の分布画像を作成し、第 1 の表示装置 2 0 に表示させる。また、同時に、第 1 のロックインアンプ 1 6 b からの出力を、導電性プローブ 2 の X Y 方向の位置と対応させて格納することにより、試料 1 上の各点における  $dC/dV$  信号の分布画像を、第 2 の表示装置 2 1 に表示させる。

## 【 0 0 3 8 】

ここで、本実施例の走査型プローブ顕微鏡によって測定した画像の一例を図 4 に示す。図 4 ( a ) は、第 1 の表示装置 2 0 に出力される表面形状画像であり、( b ) は、第 2 の表示装置 2 1 に出力される  $dC/dV$  信号の分布画像である。本測定に用いた試料は S i デバイスであり、走査範囲は  $4 \mu m \times 4 \mu m$  である。また、( a ) の表面形状の分布画像における色が濃い領域は凸部であり、( b ) の  $dC/dV$  信号の分布画像における色が濃い領域は P ドープされた領域である。この  $dC/dV$  信号の分布画像の分解能はおよそ 4 0 n m である。

## 【 0 0 3 9 】

このように、本実施例の走査型プローブ顕微鏡によれば、導電性プローブ 2 として曲がりの無い直線状の金属ワイヤーを先鋭化したものを用いることにより、従来の金属コートされた A F M 用プローブを用いた場合に比べて、( 1 ) 低インピーダンス、( 2 ) 浮遊容量を小さくすることが出来る、( 3 ) 金属コート層が無いために、探針先端の曲率半径を小さくすることが出来る、( 4 ) 金属コート層が擦過して剥がれるという恐れが無い、( 5 ) 直流的な電圧あるいは電流に対しての耐性を持たせる、などの効果を奏することができる。

## 【 0 0 4 0 】

また、導電性プローブ 2 は、図 1 に示すように試料 1 の表面に対して平行に振

動しているため、その振動周期内で導電性プローブ 2 と試料 1 との距離は変化し、導電性プローブ 2 から試料 1 表面への電界の分布も変化する。従って、振動検出系 1 3 で検出した振動状態と、容量センサー 4 で検出した静電容量とを信号処理することにより、表面形状と同時に被測定試料表面の静電容量分布を高い精度で測定することができる。

## 【 0 0 4 1 】

また、本実施例の走査型プローブ顕微鏡は、励振用圧電素子 1 1 によって励振されている導電性プローブ 2 の振動状態は、電氣的に検出されるため、図 5 に示した従来例のように、導電性プローブ 2 と試料 1 との距離を制御するための光学系を必要としない。それゆえ、試料 1 及び導電性プローブ 2 を真空チャンバー中やクライオスタット中などの小空間に導入することが容易になるという利点もある。

## 【 0 0 4 2 】

なお、上記説明では、周波数  $f_1$  成分のみで容量センサー 4 からの出力信号の検波を行ったが、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、容量センサー 4 からの出力信号を、まず周波数  $f_1$  成分で検波し、さらに周波数  $f_0$  成分で検波するという構成にしても良い。また、導電性プローブ 2 によって検出される電氣的情報は、試料用電圧変調回路 3 によって試料 1 に印加された交流電圧に応じて変調された空乏層由来の静電容量としたが、試料表面の静電容量を直接検出するような構成に改変することも可能である。

## 【 0 0 4 3 】

## 〔実施例 2〕

次に、本発明の第 2 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡について、図 5 を参照して説明する。図 5 は、第 2 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の構成を模式的に示すブロック図である。

## 【 0 0 4 4 】

図 5 に示すように、本実施例の走査型プローブ顕微鏡は、導電性プローブ 2 と試料 1 の間に試料用電圧変調回路 3 によって直流電圧および交流電圧を印加し、サーボ回路 1 5 及び走査回路 1 8 からの出力に基づく試料 1 の表面形状と、容量

センサー 4 からの出力に基づく導電性プローブ 2 と試料 1 との間の静電容量と、電流検出回路 2 2 の出力に基づく導電性プローブ 2 と試料 1 との間の電流分布とを同時に測定することを特徴とするものである。

## 【 0 0 4 5 】

このために、前記した第 1 の実施例の構成に加えて、試料 1 に電流検出回路 2 2 が接続され、電流検出回路 2 2 は、第 2 のロックインアンプ 1 7 に接続されている。この第 2 のロックインアンプ 1 7 で、発信器の励振周波数  $f_0$  を参照周波数として、電流検出回路 2 2 からの出力を検波し、この検波された出力を導電性プローブ 2 の X Y 方向の位置と対応させて制御装置 1 9 中に格納することにより、試料 1 上の各点における電流分布の画像を、第 3 の表示装置 2 3 に表示させる。なお、他の部分の構成に関しては、前記した第 1 の実施例と同様である。

## 【 0 0 4 6 】

このように、導電性プローブ 2 として、金属材料等の導電性の高い部材からなるプローブを用い、この導電性プローブ 2 を試料 1 面に対して平行方向に周波数  $f_0$  で振動させ、容量センサー 4 からの出力信号を周波数  $f_0$  で検波することにより、試料 1 表面における静電容量のプローブ振動方向に対する空間微分信号、すなわち  $dC/dX$  の分布画像が、周波数  $f_1$  で検波することにより試料 1 表面の静電容量の電圧微分信号、すなわち  $dC/dV$  の分布画像が得られ、また、 $f_0$ 、 $f_1$  で検波することにより、静電容量の電圧微分信号をプローブ振動方向に対して空間微分した信号、すなわち  $d^2C/dVdX$  の分布画像が得られる。

## 【 0 0 4 7 】

同様に、電流検出回路 2 2 からの出力信号を周波数  $f_0$  で検波することにより、試料 1 と導電性プローブ 2 との間を流れるプローブ 2 の振動方向に対する電流の空間微分信号、すなわち  $dI/dX$  の分布画像が、周波数  $f_1$  で検波することにより試料-プローブ間を流れる電流の電圧微分信号、すなわち  $dI/dV$  の分布画像が得られ、また、 $f_0$ 、 $f_1$  で検波することにより、電流の電圧微分信号をプローブ振動方向に対して空間微分した信号、すなわち  $d^2I/dVdX$  の分布画像が得られる。

## 【 0 0 4 8 】

なお、以上説明した第 1 及び第 2 の実施例の走査型プローブ顕微鏡では、導電性プローブ 2 は全ての部分が金属材料からなり、導電性プローブ 2 と試料 1 との間の静電容量を検出する構成としたが、高濃度ドーパされた Si 製のプローブを試料面と平行方向に共振状態で振動させ、プローブと試料の電氣的相互作用によるプローブの共振の Q 値の変化を検出するような構成に改変することも可能である。

【 0 0 4 9 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の走査型プローブ顕微鏡によれば、金属や絶縁体、半導体が混在する試料表面の電気情報を、従来に比べて高精度で検出することができ、また、試料の表面形状、静電容量分布及び電流分布や空間微分信号、電圧微分信号等を同時に検出することができるという効果を奏する。

【 0 0 5 0 】

その理由は、本発明の走査型プローブ顕微鏡では、金属材料からなる導電性プローブを試料面に対して平行方向に、周波数  $f_0$  で振動させ、プローブには容量センサーや電流検出系等の電氣的情報に関わる検出系を接続し、それらの検出系からの出力信号を周波数  $f_0$  で検波することにより、試料表面の静電容量や電流のプローブの振動方向に対する空間微分信号の分布画像を、同様に周波数  $f_1$  で検波することによってそれらの電圧微分信号の分布画像を得ることができるからである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の第 1 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の構成を示す図である。

【図 2】

本発明の第 1 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の構成を示すブロック図である。

【図 3】

本発明の第 1 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の容量センサーからの出力信号の一例を示す図である。

【図 4】

本発明の第 1 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡による測定結果の一例を示す図である。

【図 5】

本発明の第 2 の実施例に係る走査型プローブ顕微鏡の構成を示すブロック図である。

【図 6】

従来の光てこ方式の S C a M の構成を示す図である。

【図 7】

従来の金属コートされた A F M 用プローブの構成を示す図である。

【符号の説明】

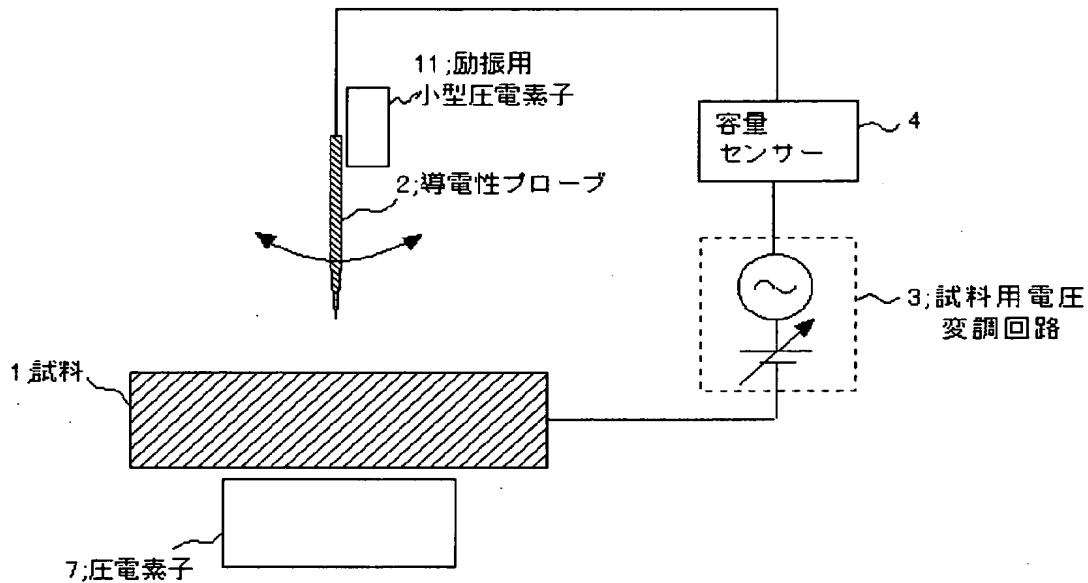
- 1 試料
- 2 導電性プローブ
- 3 試料用電圧変調回路
- 4 容量センサー
- 5 レーザーダイオード
- 6 光検出器
- 7 走査用圧電素子
- 8 探針
- 9 バネ部
- 10 支持部
- 11 励振用小型圧電素子
- 12 発振器
- 13 振動検出系
- 14 振動状態検出回路
- 15 サーボ回路
- 16、16 a、16 b 第 1 のロックインアンプ
- 17 第 2 のロックインアンプ
- 18 走査回路

- 1 9 制御装置
- 2 0 表面形状画像を表示する第 1 の表示装置
- 2 1  $dC/dV$  信号の分布画像を表示する第 2 の表示装置
- 2 2 電流検出回路
- 2 3 電流分布画像を表示する第 3 の表示装置

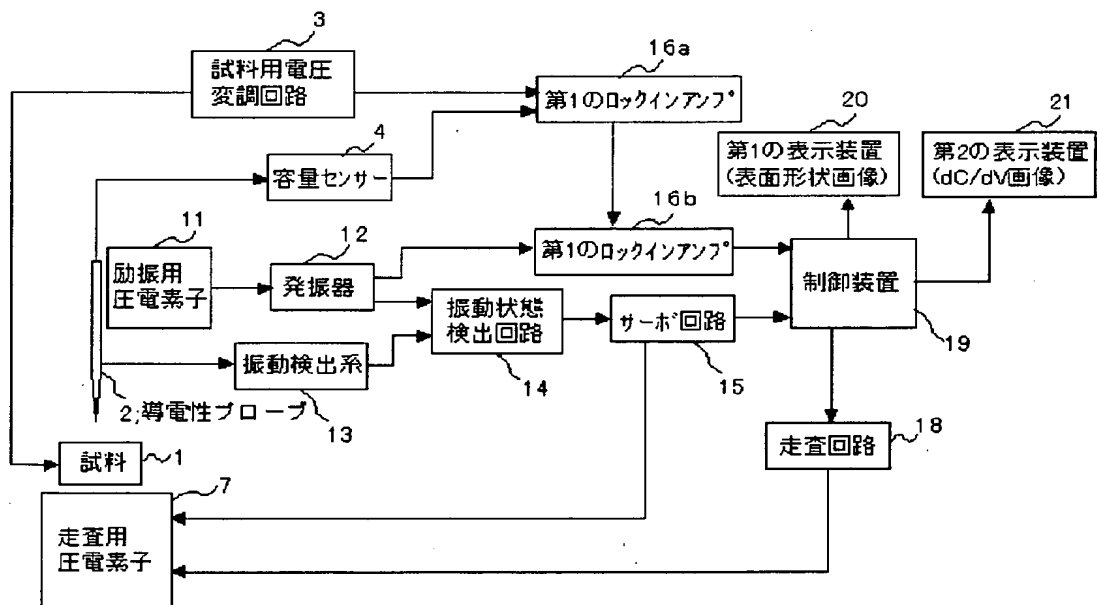


【書類名】 図面

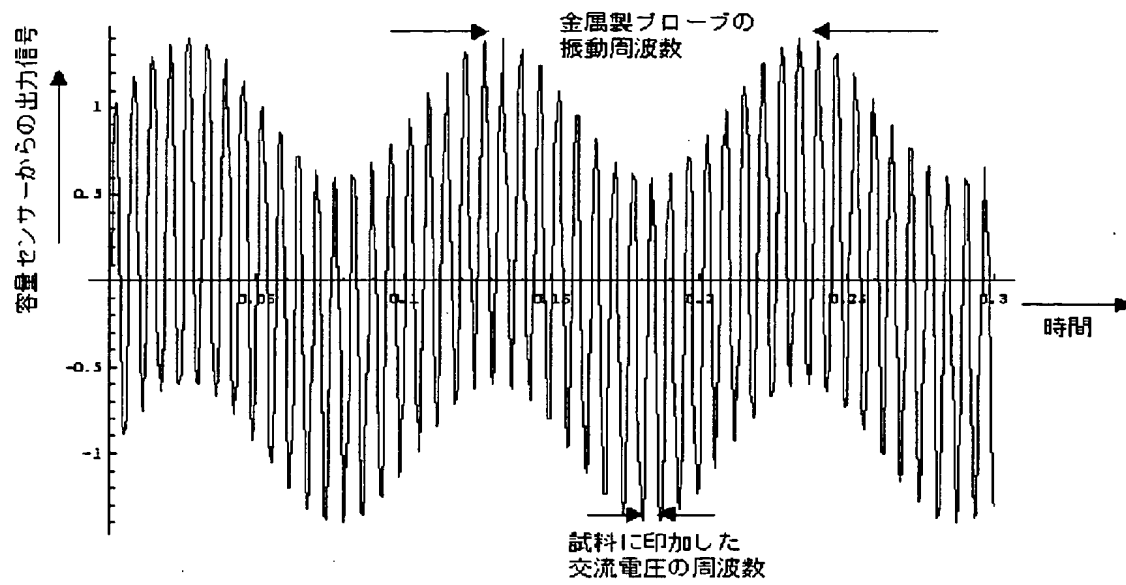
【図 1】



【図 2】



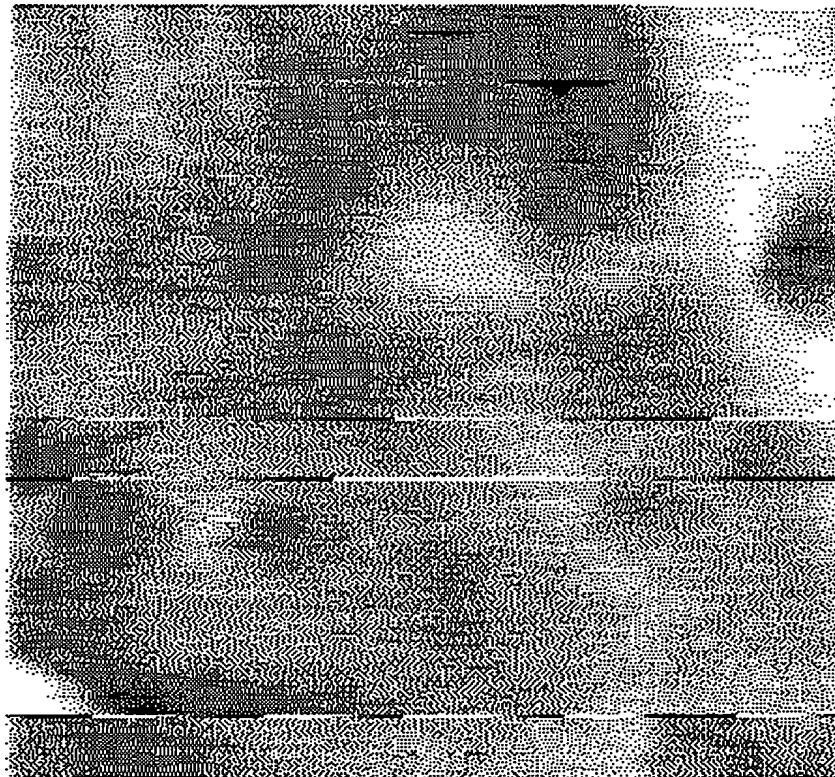
【図 3】



【図 4】

表面形状画像

( a )

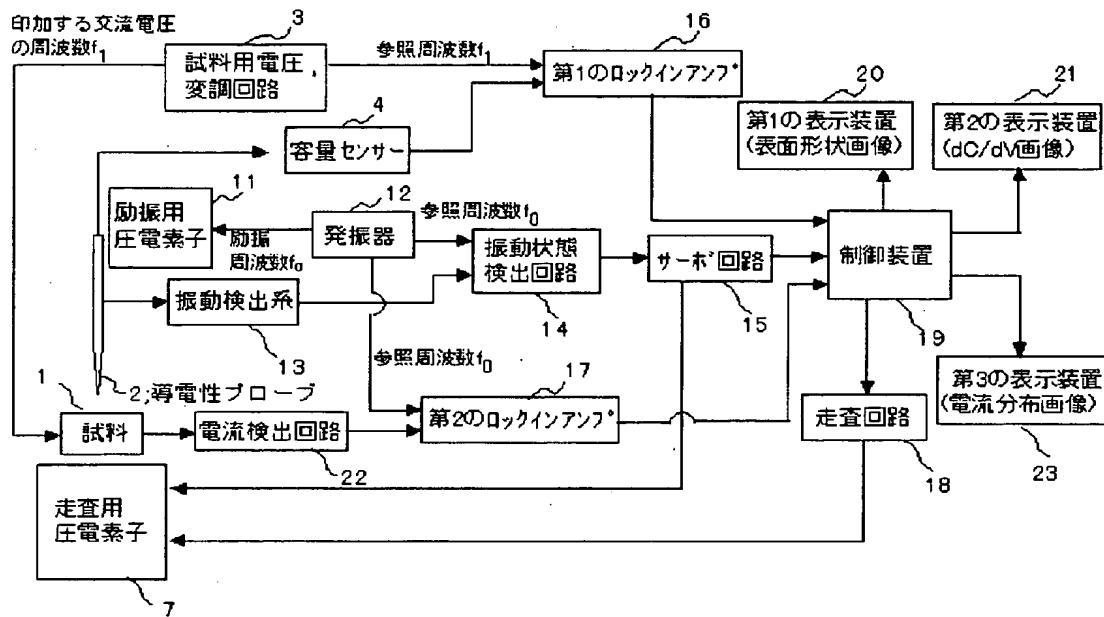


$dC/dV$  信号の分布画像

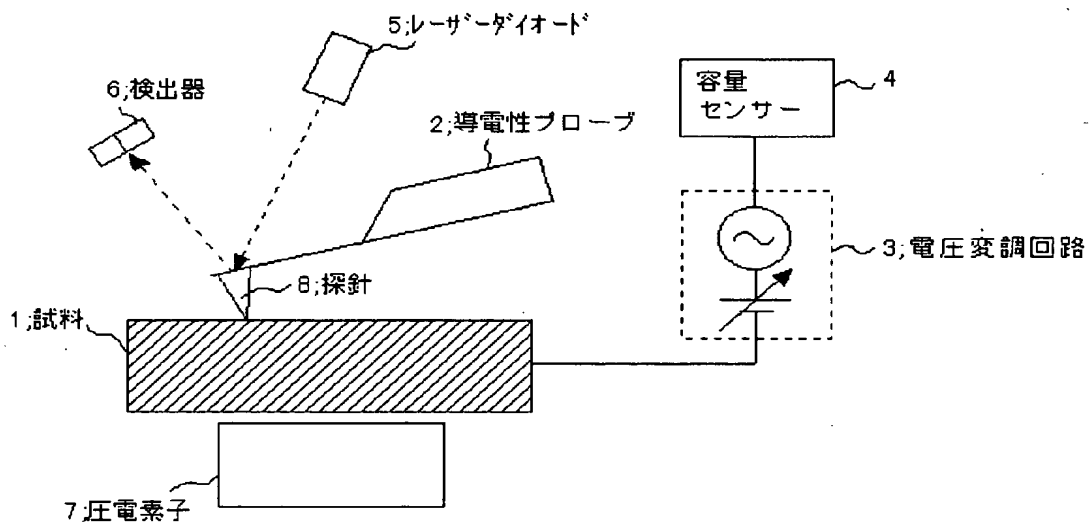
( b )



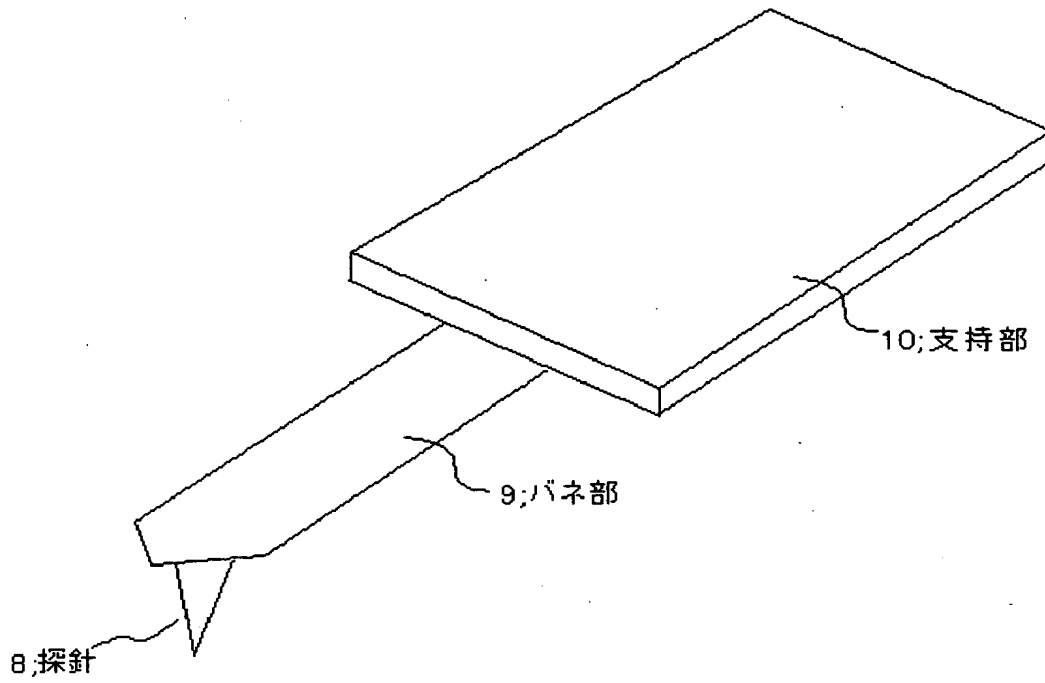
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

試料表面の静電容量分布を高い精度で、かつ、試料の表面形状と同時に検出することができる走査型プローブ顕微鏡、走査用プローブ及び走査型プローブ顕微鏡を用いた測定方法の提供。

【解決手段】

金属材料によりなる導電性プローブ 1 と、試料を保持するステージと、試料を X Y 方向に走査すると共に Z 方向に移動する走査用圧電素子 7 と、導電性プローブ 1 の先端を試料面と略平行な方向に振動させる励起用圧電素子 1 1 及び発振器 1 2 と、プローブの振動状態を検出する振動検出系 1 3 及び振動状態検出回路 1 4 と、プローブと試料との間に生じる電気的情報を検出する容量センサー 4 及びロックインアンプ 1 6 a、1 6 b と、プローブと試料との相互作用を一定に保持するように帰還制御するサーボ回路 1 5 及び制御回路 1 9 と、プローブと試料との間に交流及び直流電界を印加する電圧変調回路 3 と、試料の表面形状及び静電容量分布を表示する第 1 及び第 2 の表示装置 2 0、2 1 とを有する。

【選択図】

図 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004237]

1. 変更年月日 1990年 8月29日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区芝五丁目7番1号

氏 名 日本電気株式会社